



“十二五”普通高等教育本科国家级规划教材



# 无机及分析化学实验

## 第二版

魏 琴 盛永丽 主编

“十二五”普通高等教育本科国家级规划教材

# 无机及分析化学实验

(第二版)

魏 琴 盛永丽 主编



科学出版社

北京

## 内 容 简 介

无机及分析化学实验是一门独立的基础实验课程。本书是“十二五”普通高等教育本科国家级规划教材,是编者根据教学改革实践和教学发展需要,结合多年教学实践而编写的。全书分7章共76个实验,内容包括:绪论、实验基本知识、基本操作与技能、基础实验、综合实验、设计实验、生物分析、微型化学实验。教材内容既有较广的适用性,又注重体现新技术、新方法,以培养和提高学生的创新精神和实践能力,使学生既能掌握经典的方法,又具备设计实验的能力。

本书可作为高等学校化学、化学工程与工艺、制药工程、材料科学与工程、环境科学与工程、生物科学与工程等专业的实验教材,也可供相关专业的研究人员参考。

### 图书在版编目(CIP)数据

无机及分析化学实验/魏琴,盛永丽主编.—2 版.—北京:科学出版社,2018.6

“十二五”普通高等教育本科国家级规划教材

ISBN 978-7-03-058078-8

I. ①无… II. ①魏… ②盛… III. ①无机化学-化学实验-高等学校-教材②分析化学-化学实验-高等学校-教材 IV. ①O61-33②O65-33

中国版本图书馆 CIP 数据核字(2018)第 132882 号

责任编辑:丁 里 / 责任校对:何艳萍

责任印制:师艳茹 / 封面设计:迷底书装

科学出版社 出版

北京东黄城根北街 16 号

邮政编码:100717

<http://www.sciencep.com>

北京市密东印刷有限公司印刷

科学出版社发行 各地新华书店经销

\*

2008 年 11 月第 一 版 开本:787×1092 1/16

2018 年 6 月第 二 版 印张:17

2018 年 6 月第十四次印刷 字数:446 000

定价:49.00 元

(如有印装质量问题,我社负责调换)

## 《化学基础课实验系列教材》编写委员会

主编 魏 琴

副主编 盛永丽 何 畏 崔 玉 宋桂兰 牟宗刚

编 委 (按姓名汉语拼音排序)

鲍 猛	曹 伟	陈艳丽	崔 玉	邓月娥	范文秀
何 畏	李慧芝	李晓波	李艳辉	李月云	刘思全
罗川南	牟宗刚	亓新华	齐同喜	盛永丽	宋桂兰
陶建中	王冬梅	王志玲	魏 琴	吴 丹	徐伏秋
许崇娟	杨春霞	于京华	张 清	张 纶	张振伟
周长利					

## 《无机及分析化学实验》编写委员会

主编 魏 琴 盛永丽

副主编 吴 丹 罗川南 陈艳丽 张 清 于京华 张振伟

编 委 (按姓名汉语拼音排序)

陈艳丽	范大伟	范文秀	范迎菊	侯振雨	李慧芝
李艳辉	李月云	罗川南	盛永丽	苏 莉	王冬梅
王金刚	魏 琴	吴 丹	徐伏秋	颜 梅	于京华
张 瑾	张立芳	张 清	张振伟	赵淑英	庄海燕

## 《化学基础课实验系列教材》编写说明

化学是一门以实验为基础的学科,实验教学在整个化学教学环节中占有重要的、特殊的地位,不仅要使学生加深对基本理论和概念的理解,更重要的是培养学生的实践能力与创新精神。化学实验系列课程是高等学校化学教育中培养实验技能、科学思维与方法、创新意识与能力,全面提高学生化学素质教育的教学形式之一。因此,必须为学生提供一个全新的、科学的实验教学体系,而体现与实施实验教学体系的基础在于实验教材的改革。本系列教材适应培养理论基础扎实、实践能力强、具有创新精神的高素质的新型人才的需要,按照基础性—综合性—设计性的多层次、开放式的化学实验教学模式,打破了传统的化学实验课程设置过多、部分内容交叉重复的教学体系,教材的编写体现了加强基础、拓宽专业知识、注重学科交叉等特点。

本系列教材由《无机及分析化学实验》、《有机化学实验》、《物理化学实验》、《仪器分析实验》和《化工原理实验》等组成。教材适用于高等院校化学及相关专业的化学实验教学。系列教材将各门基础实验课有机地贯穿起来,将化学实验的基础知识、基本原理和操作技术进行了总体优化整合,从而全面提高学生的实验能力,适应社会发展的需要。

系列教材分为三部分。其中,《无机及分析化学实验》、《有机化学实验》、《物理化学实验》着重培养学生的基本实验技能,使其进一步掌握和理解基本理论知识;《仪器分析实验》着重培养学生独立操作和使用大型仪器的能力,掌握现代分析测试手段;《化工原理实验》着重使学生进一步了解化工单元操作的基本原理和相关基础。每个实验的内容设计力求体现分层次的教学理念,以适合不同学生的能力要求。

实验内容主要由基础实验、综合实验和设计实验组成,实施过程可分为如下三个阶段:

第一阶段,基本知识与基本技能训练阶段。从简单的基础实验入手,使学生掌握常用仪器设备的基本操作,熟悉基本实验原理与方法,培养学生观察、记录实验结果及收集、整理实验数据的能力。

第二阶段,分析与综合实验阶段。通过进行较复杂的、实验项目较多并有一定难度的实验,进一步强化实验操作,掌握实验方法,着重对实验结果进行科学分析、逻辑推理,最后得出结论,从而培养学生分析问题与解决问题的能力。

第三阶段,设计实验阶段。学生通过自选题目,查阅文献资料,设计实验方案,完成实验,以小型论文形式写出实验报告,激发学生的创新意识,培养学生的综合素质。

教材中引入了大量综合实验和设计实验,使教学内容的安排具有一定弹性,便于不同专业按照具体情况和需求灵活安排教学。

因编者的水平有限,书中难免有疏漏和不妥之处,敬请专家和广大师生批评指正。

《化学基础课实验系列教材》编写委员会

2008年7月

## 第二版前言

《无机及分析化学实验》是“十二五”普通高等教育本科国家级规划教材，也是“十二五”普通高等教育本科国家级规划教材《无机及分析化学教程》相应配套教材。为了适应基础教育改革与时代发展的需要，编者结合多年教学经验和使用本书进行教学的体会，并采纳了兄弟院校提出的意见和建议，确定了修订编写《无机及分析化学实验》（第二版）的基本思路和框架结构。

在修订过程中，编者在保留第一版教材特色的基础上，重点做了以下两方面的工作：一是进一步补充和完善了基础实验内容，使学生能更好地巩固和加深无机及分析化学理论基础知识；二是在基本操作和基础实验部分嵌入了多个数字化资源（在文中以“”标记），借助互联网技术实现教材的信息化，使学生随时随地都能进行学习，拓展了学习的时空环境，让无机及分析化学实验的学习变得更多样、更生动。读者只需扫描封底的二维码下载“爱一课”APP，即可观看本书配套的数字化资源。

本书是济南大学分析化学和无机化学教学团队全体教师及实验室工作人员多年教学实践与教学成果的结晶。在教材的修订过程中，得到了各兄弟院校专家的大力支持和帮助，在此一并表示感谢。最后，特别感谢朱沛华、刘广宁、徐波、苗金玲、聂永、杨红晓老师在制作数字化资源方面做出的贡献。

限于编者的水平，书中仍有疏漏和不妥之处，敬请广大师生和专家批评指正。

编 者

2018年5月

## 第一版前言

无机及分析化学实验是一门独立的基础化学实验课程,是学生进入大学后的第一门化学实验课程。它是研究元素及其化合物的性质、掌握定量分析方法以及基本操作和相关原理的一门化学实验课程,是培养学生化学实验技能与素质的最基础的实践环节。

本书是“十二五”普通高等教育本科国家级规划教材。为深化高等教育改革,提高教学质量,培养适应 21 世纪社会发展需要的人才,编者根据当前教学改革的精神,并结合多年的实践教学经验编写了本书。

本书注重与理论教材的相互融合及互补,使实验课与理论课既自成体系,又互为依托,相辅相成,并注意实验课程和实验教材自身的衔接,强调系统性与相对独立性。

本书的编写以加强基础训练和注重能力培养为主线,按照由浅入深、循序渐进的认识规律,将所选实验分成基本操作与技能、基础实验、综合实验与设计实验四个层次,旨在使学生掌握化学实验的基本常识及操作技能,充分运用无机及分析化学基本原理,达到夯实基础、全面提高学生综合素质的效果。本书注重无机化学和分析化学实验各自的系统性和二者之间内容的衔接,将化学物质的“制备—组成—结构—性能检测”完整地融为一体。加入学生自主设计性实验,培养学生综合运用知识的能力与创新精神。绿色化和微型化是本书的亮点之一。书中增加了生物分析,在实验的设计上尽可能降低实验造成的污染,以提高学生的绿色化学意识和环保意识。

本书由魏琴拟订编写大纲,共分为 7 章,编入 76 个实验。本书由魏琴、盛永丽担任主编,吴丹、罗川南、陈艳丽、张清、于京华、张振伟担任副主编。参加编写的有张立芳、颜梅、王金刚、庄海燕、李慧芝、范迎菊、赵淑英、李月云、王冬梅、范文秀、侯振雨、徐伏秋、李艳辉、苏莉和张瑾等。全书由魏琴统稿和定稿。

由于编者水平有限,书中难免有错误和不足之处,敬请读者批评指正。

编 者

2008 年 7 月

# 目 录

## 《化学基础课实验系列教材》编写说明

### 第二版前言

### 第一版前言

绪论	1
第一节 无机及分析化学实验的目的与要求	1
第二节 无机及分析化学实验的学习方法	1
一、课前预习	1
二、实验过程	1
三、报告撰写	2
第三节 实验报告的撰写要求与成绩评定	2
一、实验报告的内容	2
二、实验成绩的评定	2
三、实验报告格式	3
第一章 实验基本知识	4
第一节 化学实验数据的处理	4
一、误差与来源	4
二、数据记录及有效数字的运用	6
第二节 化学实验室的基本常识	9
一、实验室规则	9
二、实验室用水的规格、制备及检验方法	10
三、化学试剂的分类及使用	12
四、实验室的安全防护	13
五、实验室“三废”的处理	16
六、绿色化学简介	17
七、微型化学实验简介	18
第二章 基本操作与技能	20
第一节 天平类型与称量方法	20
一、托盘天平	20
二、电子天平	21
三、称量方法	22
第二节 玻璃仪器的洗涤与干燥	23
一、洗涤要求和洗涤方法	23
二、仪器的干燥	25
第三节 常用加热器及加热操作	26
一、常用加热器的使用方法	26

二、加热操作 .....	29
第四节 化学试剂的取用 .....	30
一、试剂瓶的种类 .....	30
二、试剂瓶塞打开的方法 .....	30
三、固体试剂的取用 .....	31
四、液体试剂的取用 .....	31
五、特殊化学试剂的取用 .....	31
第五节 常用试纸的制备及用法 .....	32
一、常用试纸的制备及用途 .....	32
二、常用试纸的使用方法 .....	32
第六节 玻璃量器及其使用 .....	33
一、量筒和量杯 .....	33
二、移液管与吸量管 .....	33
三、滴定管 .....	34
四、容量瓶 .....	38
第七节 溶液的配制 .....	40
一、溶液的分类 .....	40
二、溶液浓度的表示 .....	40
三、一般溶液的配制方法 .....	43
四、标准溶液的配制方法 .....	43
五、缓冲溶液的配制 .....	45
六、溶液的配制步骤 .....	45
第八节 物质的溶解、分离与提纯 .....	47
一、固体溶解 .....	47
二、固液分离 .....	47
三、蒸发(浓缩) .....	50
四、结晶与重结晶 .....	51
五、分液与萃取 .....	51
第九节 气体的发生、收集与洗涤 .....	53
一、气体的发生 .....	53
二、气体的收集 .....	56
三、气体的洗涤 .....	56
第十节 重量分析基本操作 .....	57
一、样品的溶解 .....	57
二、沉淀的形成 .....	57
三、沉淀的过滤和洗涤 .....	58
四、沉淀的干燥和灼烧 .....	61
第三章 基础实验 .....	63
实验 1 仪器认领与简单操作训练 .....	63
实验 2 玻璃细工与塞子钻孔 .....	65

实验 3 溶液的配制	69
实验 4 分析天平操作练习	70
实验 5 滴定分析操作练习	72
实验 6 容量仪器的校准	74
实验 7 粗盐的提纯	76
实验 8 化学反应速率与活化能的测定	79
实验 9 电离平衡与沉淀平衡	83
实验 10 氧化还原反应与电化学	86
实验 11 配合物的生成与性质	89
实验 12 摩尔气体常量的测定	92
实验 13 铜的相对原子质量的测定	94
实验 14 二氧化碳相对分子质量的测定	96
实验 15 乙酸解离常数的测定	98
实验 16 氯、溴、碘、氧、硫	103
实验 17 氮、磷、碳、硅、硼	106
实验 18 锡、铅、锑、铋	110
实验 19 碱金属和碱土金属	112
实验 20 铜、银、锌、镉、汞	114
实验 21 铬、锰、铁、钴、镍	117
实验 22 混合离子的分离与检出	120
实验 23 离子鉴定和未知物鉴别	122
实验 24 碱灰中总碱度的测定	123
实验 25 有机酸摩尔质量的测定	125
实验 26 甲醛法测定氮肥中氮的含量	127
实验 27 EDTA 标准滴定溶液的配制和标定	128
实验 28 水的钙镁硬度及总硬度的测定	130
实验 29 锗、铅含量的连续测定	132
实验 30 重铬酸钾法测定铁矿中铁的含量	134
实验 31 间接碘量法测定胆矾中铜的含量	135
实验 32 高锰酸钾法测定过氧化氢的含量	137
实验 33 水样中化学耗氧量的测定(高锰酸钾法与重铬酸钾法)	138
实验 34 直接碘量法测定水果中维生素 C 的含量	141
实验 35 水中溶解氧的测定	142
实验 36 莫尔法测定氯化物中 $\text{Cl}^-$ 的含量	144
实验 37 福尔哈德法测定氯化物中 $\text{Cl}^-$ 的含量	145
实验 38 水泥中三氧化硫含量的测定	146
实验 39 水合氯化钡中钡含量的测定	148
实验 40 钢铁中镍的测定	150
实验 41 磷肥中水溶性磷的测定	151
实验 42 邻二氮菲吸光光度法测定铁	153

实验 43 分光光度法测定钢铁中的硅	158
<b>第四章 综合实验</b>	<b>161</b>
实验 44 硫酸亚铁铵的制备及组成分析	161
实验 45 三乙二酸合铁(Ⅲ)酸钾的制备及组成分析	162
实验 46 三氯化六氨合钴(Ⅲ)的制备及组成分析	166
实验 47 五水合硫酸铜的制备及其含量测定	168
实验 48 四氧化三铅组成的测定	170
实验 49 双指示剂法测定混合碱的组成及其含量	172
实验 50 水泥熟料中铁、铝、钙、镁、硅的测定	173
实验 51 铝-铬天青 S-CPC 三元配合物光度法的研究	176
<b>第五章 设计实验</b>	<b>178</b>
实验 52 食品添加剂中硼酸含量的测定	178
实验 53 蛋壳中碳酸钙含量的测定	178
实验 54 石灰石中钙、镁含量的测定	179
实验 55 黏土中铁、铝、钙、镁、硅的测定	179
实验 56 分光光度法测定钢铁中的镍	179
实验 57 分光光度法快速测定碳素钢中的硅、锰、磷	180
实验 58 铜碘化物的制备及其实验式的确定	180
实验 59 一种钴(Ⅲ)氨配合物的制备及组成分析	181
实验 60 未知物摩尔质量和酸解离常数的测定	182
实验 61 明矾的制备及其定性检测	183
实验 62 碱式碳酸铜的制备	183
实验 63 由煤矸石或铝矾土制备硫酸铝	184
<b>第六章 生物分析</b>	<b>185</b>
实验 64 劳里法测定蛋白质含量	185
实验 65 考马斯亮蓝法测定蛋白质含量	187
实验 66 紫外分光光度法测定蛋白质含量	188
实验 67 紫外分光光度法测定核酸含量	189
<b>第七章 微型化学实验</b>	<b>191</b>
实验 68 分光光度法测定 $\text{Cu}(\text{IO}_3)_2$ 的溶度积常数	191
实验 69 动力学方法测定微量铜离子	193
实验 70 茶叶中一些元素的分离和鉴定	195
实验 71 乙二酸合铬(Ⅲ)酸钾顺反异构体的制备与鉴别	196
实验 72 $[\text{Co}(\text{NH}_3)_5\text{Cl}]\text{Cl}_2$ 水合反应速率常数和活化能的测定	198
实验 73 莫尔法测定氯化物中 $\text{Cl}^-$ 的含量	200
实验 74 2,6-二氯酚靛酚法测定水果蔬菜中维生素 C 的含量	201
实验 75 食用醋中总酸度的测定	203
实验 76 混合碱的组成及其含量的测定	204
<b>主要参考文献</b>	<b>206</b>
<b>附录</b>	<b>207</b>

---

附录 1 中华人民共和国法定计量单位	207
附录 2 实验室常用器皿及用具	210
附录 3 弱电解质的解离常数	217
附录 4 标准电极电势	218
附录 5 配离子的稳定常数	225
附录 6 溶度积常数(298 K)	226
附录 7 常用酸、碱的相对密度、质量分数和浓度	227
附录 8 滴定分析中常用的指示剂	228
附录 9 化合物的相对分子质量	231
附录 10 水的密度	234
附录 11 水的饱和蒸气压( $\times 10^2$ Pa, 273~323 K)	235
附录 12 某些氢氧化物沉淀和溶解时所需的 pH	237
附录 13 pH 标准缓冲溶液的配制方法	238
附录 14 常用缓冲溶液	239
附录 15 常用基准物质及应用条件	243
附录 16 化合物溶解性	244
附录 17 不同温度下常见无机化合物的溶解度 [ $\text{g} \cdot (100 \text{ g 水})^{-1}$ ]	248
附录 18 常用熔剂及坩埚	254
附录 19 常见离子和化合物的颜色	255
附录 20 常见阴、阳离子的鉴定方法	256

# 绪 论

## 第一节 无机及分析化学实验的目的与要求

化学是一门以实验为基础的学科。仅传授化学理论知识是片面的化学教育,全面的化学教育注重的是培养学生的科学方法和思维。而化学实验正是实施全面化学教育的最为有效的教学形式之一。通过基本操作技能训练、基础实验、综合实验和设计实验这四大部分,对学生进行有层次的培养,使学生的实验能力、分析及解决问题能力、实践和创新能力逐步提高,从感性认识上升到理性认识。无机及分析化学实验是大学基础化学非常重要的一门实验课程,通过实验,要达到以下四个方面的目的与要求:

- (1) 掌握无机制备、分离和分析化学实验的方法,通过实验证明,加深对基本原理的理解,培养学生利用实验方法获取新知识的能力。
- (2) 掌握化学实验的基本操作技能,培养学生独立分析、解决问题的能力。例如,在综合性和设计性实验中,着重培养学生独立组织、准备和进行实验的能力。通过观察、记录实验现象,对实验进行归纳、综合,正确处理数据,培养学生对实验结果的文字分析能力。
- (3) 在智力教育的同时,化学实验需要培养学生实事求是、勤奋严谨、乐于协作的科学态度,整洁、节约、有条不紊的良好科学习惯。
- (4) 牢记实验室工作的有关知识,如实验室试剂与仪器的管理和使用须知、实验室可能发生的事故及其正确处理方法、实验室“三废”处理方法等。

## 第二节 无机及分析化学实验的学习方法

作为大学化学实验中的基础化学实验,无机及分析化学实验不仅需要学生有正确的学习态度和习惯,还需要有正确的实验方法。现将化学实验学习方法归纳为以下三个环节。

### 一、课前预习

预习是做好实验的前提和保证。预习工作主要包括:了解实验的目的与要求,认真查阅相关资料,掌握实验基本原理,弄清主要操作步骤和注意事项,设计记录数据或实验现象的格式,熟悉数据的处理方法。特别需要注意的是,要仔细预习有关实验基本操作和注意事项,写出相应的实验预习报告,方可进入实验室进行实验。对于不预习或预习效果不好者,指导教师有权暂停其实验。

### 二、实验过程

在实验预习的基础上,在教师指导下独立完成实验是至关重要的操作环节。在整个实验过程中应做到以下几点:

- (1) 提前五分钟进入实验室,指导教师采用提问、五分钟测试等多种形式检查学生的预习效果,并在预习报告上签字。

(2) 认真按照规范的实验操作进行实验,仔细观察实验现象,详细记录实验现象和数据,并随时思考每一步实验的合理性。

(3) 如果发现实验现象或数据与理论不符合,不能擅自删去自认为不正确的数据或杜撰原始数据,而要认真分析查找原因,必要时可以重做实验进行核对,从中得到正确的结论。

(4) 实验过程中要勤于动手,善于思考,独立解决实验过程中出现的问题,培养勤查资料的好习惯,也可与指导教师讨论解决问题。

(5) 实验过程中应注意在实验室保持肃静,严格遵守实验室规章制度,保持实验室清洁。实验结束后,应及时清理实验台,洗净、整理玻璃仪器。

### 三、报告撰写

做完实验只是完成实验的一半,关键的是分析实验现象,对其做出合理的解释,对于异常现象应展开详细讨论。认真处理实验数据,包括数据的计算、作图及误差表示等,务必将所依据的公式列写清楚。最终对实验结果进行小结,还可对本次实验提出自己的见解和改进意见,认真独立地完成实验报告。

## 第三节 实验报告的撰写要求与成绩评定

实验报告是对实验过程的总结,是每次实验的最终答卷,由最终的实验报告结果分析,才可以获得理论知识的升华。撰写实验报告一定要字迹端正,报告整洁,严格按照格式书写。叙述过程简洁明了,数据处理严谨,步骤和表图准确、清楚。

### 一、实验报告的内容

(1) 实验目的:指出此项实验应该掌握的原理、方法、实验知识与技能。

(2) 实验原理:简明扼要,简述实验的基本原理和主要化学方程式、计算公式。

(3) 实验内容(或步骤):内容是实验过程的简述,以简明方式表述,可利用流程图、表格、框图等形式。

(4) 实验现象和数据记录:记录实际的实验现象,数据记录要真实完整。原始记录要尊重实验事实,不允许编造和抄袭。

(5) 结论和数据处理:包括对实验现象的分析、解释、结论,原始数据的处理、误差分析,简明的结果讨论。

(6) 问题与讨论:围绕此项实验的核心问题展开讨论。

### 二、实验成绩的评定

学生实验成绩分为平时和期末考核两部分,平时成绩包括对预习报告及效果、课堂操作和实验报告的考核;期末考核是对学生该门实验课程掌握程度的最终考核,分为笔试和实验操作考试,其各项内容如下所示:

预习报告		课堂操作			实验 报告	实验操作 考试	笔试
报告	预习效果检查	课堂纪律	仪器维护和使用	实验过程操作			

### 三、实验报告格式

#### 定量分析实验报告格式

课 \_\_\_\_\_ 年 \_\_\_\_\_ 月 \_\_\_\_\_ 日  
 学院 \_\_\_\_\_ 班 姓名 \_\_\_\_\_ 学号 \_\_\_\_\_ 同组人 \_\_\_\_\_  
 实验题目 \_\_\_\_\_ 成绩 \_\_\_\_\_

一、实验目的

二、实验原理(简述)

三、主要仪器与试剂

四、实验内容

五、实验数据及处理

六、问题与讨论

#### 制备实验报告格式

课 \_\_\_\_\_ 年 \_\_\_\_\_ 月 \_\_\_\_\_ 日  
 学院 \_\_\_\_\_ 班 姓名 \_\_\_\_\_ 学号 \_\_\_\_\_ 同组人 \_\_\_\_\_  
 实验题目 \_\_\_\_\_ 成绩 \_\_\_\_\_

一、实验目的

二、实验原理(简述)

三、实验步骤(用框图表示)(包括思考题)

四、实验结果

1. 产品外观
2. 产率
3. 产品纯度检验

五、问题与讨论

#### 性质实验报告格式

课 \_\_\_\_\_ 年 \_\_\_\_\_ 月 \_\_\_\_\_ 日  
 学院 \_\_\_\_\_ 班 姓名 \_\_\_\_\_ 学号 \_\_\_\_\_ 同组人 \_\_\_\_\_  
 实验题目 \_\_\_\_\_ 成绩 \_\_\_\_\_

一、实验目的

二、实验内容(用表格表示),示例如下:

题号	反应物及反应条件	实验现象	化学方程式(配平)	结论或解释
一	1 NaCl + AgNO <sub>3</sub> 氨水 + 酚酞	白色↓ 溶液显红色	Cl <sup>-</sup> + Ag <sup>+</sup> = AgCl↓ NH <sub>3</sub> · H <sub>2</sub> O = NH <sub>4</sub> <sup>+</sup> + OH <sup>-</sup>	酚酞遇碱液显红色
	2 NH <sub>4</sub> Cl 固体加热	白烟	NH <sub>4</sub> Cl → NH <sub>3</sub> ↑ + HCl↑	.....
	⋮			

三、实验小结

四、问题与讨论

# 第一章 实验基本知识

## 第一节 化学实验数据的处理

### 一、误差与来源

#### 1. 准确度与误差

准确度是指测定值与真实值相接近的程度,它说明测定结果的可靠性。测定值与真实值之间的差值越小,则测定值的准确度越高。

准确度的高低用误差来衡量。误差有两种表示方法:绝对误差和相对误差。绝对误差是测定值( $x$ )与真实值( $\mu$ )之差;相对误差是绝对误差在真实值中所占的百分数,即

$$\text{绝对误差} = x - \mu$$

$$\text{相对误差} = \frac{x - \mu}{\mu} \times 100\%$$

相对误差与真实值和绝对误差两者的大小有关,用相对误差来比较各种情况下测定结果的准确度更为确切。

#### 2. 精密度与偏差

精密度是指在相同条件下多次重复测定(称为平行测定)各测定值之间彼此相接近的程度,它表示了结果的再现性。

精密度的高低常用偏差来衡量。偏差是指个别测定值( $x_i$ )与 $n$ 次测定结果的算术平均值( $\bar{x}$ )的差值。偏差越小,分析结果的精密度就越高。

偏差有以下几种表示方法:绝对偏差和相对偏差、平均偏差、标准偏差和相对标准偏差。

##### 1) 绝对偏差和相对偏差

设 $n$ 次平行测定的数据分别为 $x_1, x_2, x_3, \dots, x_n$ ,其算术平均值为

$$\bar{x} = \frac{x_1 + x_2 + x_3 + \dots + x_n}{n} = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n x_i$$

则单次测定值的绝对偏差( $d_i$ )和相对偏差( $d_r$ )分别为

$$d_i = x_i - \bar{x}$$

$$d_r = \frac{d_i}{\bar{x}} \times 100\%$$

单次测定值的精密度常用绝对偏差或相对偏差表示。

##### 2) 平均偏差

衡量一组平行数据的精密度可用平均偏差( $\bar{d}$ )。平均偏差是指单次测定值绝对偏差的平均值,即

$$\bar{d} = \frac{|d_1| + |d_2| + |d_3| + \dots + |d_n|}{n} = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n |d_i|$$

式中,  $n$  为测定次数;  $d_i$  为单次测定的绝对偏差。

应注意的是, 平均偏差  $\bar{d}$  没有负值, 而单次测定值的绝对偏差  $d_i$  则有正、负之分。

用平均偏差表示精密度比较简单, 但当一批数据的分散程度较大时, 仅以平均偏差不能说明精密度的高低, 需要采用标准偏差来衡量。

### 3) 标准偏差

标准偏差又称为均方根偏差。当测定次数  $n$  趋于无限多次时, 标准偏差以  $\sigma$  表示:

$$\sigma = \sqrt{\frac{d_1^2 + d_2^2 + d_3^2 + \dots + d_n^2}{n}} = \sqrt{\frac{1}{n} \sum_{i=1}^n d_i^2} = \sqrt{\frac{1}{n} \sum_{i=1}^n (x_i - \mu)^2}$$

式中,  $\mu$  为无限多次测定结果的平均值, 在数理统计中称为总体平均值, 即

$$\lim_{n \rightarrow \infty} \bar{x} = \mu$$

总体平均值  $\mu$  即为真实值, 此时标准偏差即为误差。

在一般分析工作中, 仅做有限次测定 ( $n < 20$ )。测定次数不多时, 标准偏差以  $s$  表示:

$$s = \sqrt{\frac{d_1^2 + d_2^2 + d_3^2 + \dots + d_n^2}{n-1}} = \sqrt{\frac{1}{n-1} \sum_{i=1}^n d_i^2} = \sqrt{\frac{1}{n-1} \sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2}$$

标准偏差是把单次测定值的绝对偏差先平方再求和, 充分引用每个数据的信息, 比平均偏差更灵敏地反映出较大偏差的存在, 故能更好地反映测定数据的精密度。

实际工作中常用相对标准偏差 (RSD) 来表示精密度:

$$RSD = \frac{s}{\bar{x}} \times 100\%$$

## 3. 准确度与精密度的关系

精密度表示分析结果的再现性, 而准确度则表示分析结果的可靠性, 两者是不同的。

定量分析的最终要求是得到准确可靠的结果, 但由于被测组分的真实值是未知的, 于是分析结果的准确与否常常根据测定结果的精密度来衡量。事实证明, 精密度高不一定准确度高, 而准确度高必然要求精密度也高。精密度是保证准确度的先决条件, 精密度低, 说明测定结果不可靠, 也就失去了衡量准确度的前提。所以, 首先应该使分析结果具有较高的精密度, 才有可能获得准确可靠的结果。

## 4. 误差的来源与分类

定量分析中的误差, 根据其性质的不同可以分为系统误差和随机误差两类。

### 1) 系统误差

系统误差也称为可测误差。它是由于分析过程中某些确定的原因所造成的, 对分析结果的影响比较固定, 在同一条件下重复测定时它会重复出现, 使测定的结果系统地偏高或偏低。因此, 这类误差有一定的规律性, 其大小、正负是可以测定的, 只要弄清来源, 可以设法减小或校正。

产生系统误差的主要原因有:

(1) 方法误差: 由于分析方法本身不够完善而引入的误差, 如反应进行不完全、副反应的发生、指示剂选择不当等。